

A

JP55047382
CHEMICAL POLISHING FLUID
CANON INC

Inventor(s): OKAMURA MORIYUKI

Application No. 53119489, Filed 19780928, Published 19800403

Abstract: PURPOSE: To provide a chemical polishing fluid which makes it possible to polish selectively burrs alone easily at a low cost, while restraining failure of a parts body when the parts made of Al or Al alloy to be polished have burrs, by using a fluid contg. an inorg. acid and an aromatic Al chelating agent as a chemical polishing fluid.

CONSTITUTION: A polishing fluid is prepared which contains an inorg. acid such as phosphoric acid 50W90%, pref. 65W85% in concn., and an aromatic Al chelating agent, e.g., sodium catecholdisulfonate 0.05W15%, pref., 0.2W10% in concn. To the polishing fluid are further added at least 0.01%, pref., 0.1W5% a nonionic surface active agent, not more than 5% H_2O_2 , about 5W20g Al^{3+} as $AlPO_4 \cdot 31/2H_2O$ per liter polishing fluid, and 1W20g Cu^{2+} as $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ per litter polishing fluid. Polishing treatment by use of this fluid produces excellent surface conditions after polishing, exerting no bad influence on the later steps even when anodizing treatment is conducted.

?

COPYRIGHT: (C)1980,JPO&#0000; C09K01306

MicroPatent Reference Number: 000082176

COPYRIGHT: (C)JPO

9

⑬ 日本国特許庁 (JP)
⑭ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭55-47382

⑥ Int. Cl.³
C 23 F 1/00
C 09 K 13/06

識別記号

庁内整理番号
6793-4K
7003-4H

⑨ 公開 昭和55年(1980)4月3日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑤ 化学研磨液

① 特 願 昭53-119489
② 出 願 昭53(1978)9月28日
③ 発 明 者 岡村守之

川崎市中原区北谷町16
⑦ 出 願 人 キヤノン株式会社
東京都大田区下丸子3丁目30番
2号
⑧ 代 理 人 弁理士 丸島儀一

明 細 書

1. 発明の名称

化学研磨液

2. 特許請求の範囲

- (1) 炭と芳香族アルミニウムキレート剤とを含有することを特徴とする化学研磨液。
- (2) 炭が無機炭である特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。
- (3) 炭の濃度が50重量%～95重量%である特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。
- (4) 芳香族アルミニウムキレート剤の濃度が0.1重量%～10重量%である特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。
- (5) 界面活性剤を含有する特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。
- (6) 過酸化水素を含有する特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。

項記載の研磨液

- (7) アルミニウムイオンを含有する特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。
- (8) 銅イオンを含有する特許請求の範囲第(1)項記載の研磨液。

3. 発明の詳細な説明

本発明は化学研磨液、特にアルミニウム及びその合金用の化学研磨液に関する。

従来、アルミニウム及びその合金の研磨として、機械的方法には、ベルト研磨やパレン、熱的方法には火炎溶融、プラズマ等、電気的方法には電解研磨等がある。これらを組合せながら行なっていた。しかしながら部品の形状が複雑であつたり、多種類の部品を処理する場合に、部分的にペリが取り除けなかつたり、多種類の治具、工具を必要とするなど、処理性能や

処理コストに懸念があつた。また、化学的方法としては、仕上げ工程で化学研磨が行なわれていたが、これは研磨力を強くすると部品の表面全体が荒れてしまい、弱くすると、ちよつと大きなバリでも除去できなくなつてしまう。つまり、バリの部分を選択的に除去するという目的には通さなかつた。

本発明の目的とするところは、アルミニウム及びアルミニウム合金の精密な化学研磨液を提供することである。さらに、被研磨部品にバリがあるときに、その部品本体の損傷をできるだけ抑制しながら、バリ部分のみ選択的に研磨する化学研磨液を提供することである。また、作業が容易でコストの安い化学研磨液を提供することである。

その特徴とするところは、酸と芳香族アルミ

本体の損傷が非常に大きくなつたり、またバリとり条件の管理が困難になる。

また、本発明に適用する芳香族アルミニウムキレート剤として適用するものにはカタコール、^テカダコールジスルホン酸ナトリウム、オーリン、トリカルボン酸アンモニウム、オキシシン、メチルオキシシン、ジクロルオキシシン、ジブロムオキシシン、ジヨードオキシシン、ローベンゾインオキシム、モリン、ヘマトキシリン、クペロン、ネオクペロン、ナトラサイクリン類等がある。これらの芳香族アルミニウムキレート剤から選択した1種または2種以上を混合したものを用いる。

本発明に係る化学研磨液の反応機構は必ずしも明らかではないが次のように推定される。研磨液中のアルミニウム部品の表面付近において、

特開 昭55-47382号

ニウムキレート剤とを含有する化学研磨液にあり、さらに必要に応じて界面活性剤、過酸化水素、アルミニウムイオン、銅イオンを含有させた化学研磨液にある。

ここで適用する酸としては、従来アルミニウムの化学研磨液として使われている硝酸、硫酸、硝酸、弗酸等の無機酸や、酢酸等の有機酸があり、これらの中から選択した1種または2種以上を混合したものを用いる。この酸の濃度は、50重量%~95重量%が良く、特に好ましくは65重量%~85重量%が良い。この濃度は、低すぎるとアルミニウムに対する反応性が低くて溶解反応が不十分で、バリが除去できないか、或いはバリとり非常に長い時間を要する。逆に、酸の濃度が高すぎるとアルミニウムに対する反応性が非常に高くなり、バリとり中に部品

酸に溶解したアルミニウムイオン Al^{3+} を前記芳香族アルミニウムキレート剤がキレート化してアルミニウムキレート化合物を生成するが、バリの様な突出部の周囲ではこの生成物が液の攪拌により拡散あるいは移動しやすく、新たなアルミニウムキレート剤分子が供給されるので溶解反応が進む。逆に、部品本体部分ではバリの様な凸部とは異なり、アルミニウムキレート化合物の拡散、移動が不十分であるから、ここでキレート剤が Al^{3+} によつて飽和してしまふとその後は Al^{3+} のイオン濃度がどんどん上昇して溶解反応が抑制される。

この芳香族アルミニウムキレート剤の濃度としては0.05重量%~1.5重量%が良く、特に好ましくは0.2重量%~1.0重量%が良い。この濃度が薄すぎると、バリの部分の溶解速度と

部品本体部分の溶解速度の間に充分な速度差が見られないので、バリだけを選択的に溶解させるという目的は達成できなくなる。また逆に15重量多よりも濃くしてもバリとり効果からみるとほとんど変わりがなくなる。

また界面活性剤を添加する事により、本体部分（凹部）に活性剤分子が配向して、その疎水基を研磨液側に向けるので、本体部分への化学研磨液の浸透が妨げられて、本体部の溶解による寸法変化は、さらに小さくなると考えられる。一方、バリ部分（凸部）においては、凹部と同様に活性剤分子の配向が考えられるが、凸部では、研磨液の攪拌により生じた物理的力によつて、配向した活性剤分子が再び研磨液中に拡散するので、溶解が進むと考えられる。以上により、界面活性剤の添加は、補助的にバリとり効

果を高める効果がある。

この界面活性剤としてはポリシロキサン系非イオン界面活性剤、ポリシルメチレン系非イオン界面活性剤、アルキルフェノールポリオキシエチレン系非イオン界面活性剤等の非イオン界面活性剤が適用される。その界面活性剤の添加量0.01重量多以上で効果があり、好ましくは0.1重量多〜5重量多が良い。

また、過酸化水素を添加することにより被研磨材の表面に不動態被膜を形成させ、研磨液の攪拌効果の小さい本体部分（凹部）の表面の溶解を保護し、研磨液攪拌効果の大きい凸部と溶解速度の差をつけ、さらに良好な研磨効果を期待できる。この過酸化水素の添加量は5多以下が良く、それより多いと急激なアルミニウム酸化反応が生じて、バリ部分のみならず本体まで

損傷してしまふ。

また、 Al^{3+} イオンを添加することにより研磨液を熟成することができ、化学研磨液に浸浴時から安定したバリ取りを行なわせ得る。この Al^{3+} イオンの添加量は、硫酸アルミニウム $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ として研磨液1多当り5多〜20多程度が適当である。

また、銅イオンを添加することにより処理後の部品表面の光沢を良好にすることができる。その添加量は、硫酸銅 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ として、研磨液1多当り1多〜20多が良い。

本発明に係る化学研磨液を用いてアルミニウムまたはアルミニウム合金部品のバリ取りを行う場合の処理温度は、酸の種類と濃度にもよるが30℃〜95℃が適用できる。つまり30℃以下では処理時間が非常に長くなり、95℃以

上では反応が活性すぎてバリ部分以外の本体も損傷が大きくなる。また処理時間は、処理すべきバリの大きさやバリの付け根部分の厚み等により異なるが2分〜¹⁵⁰分程度の範囲で適宜選択する。

また同時に多数個の部品を処理するとき、処理槽中の場所による温度差をなくし、バリ近辺の反応生成物を速かに分散させてバリ部分の溶解反応を促進し、均一で安定なバリ取りを行なわせる為に、処理液は、適宜エアーなどで攪拌することが有効である。

以上詳述した本発明に係る化学研磨液の効果は次のようである。

アルミニウム及びアルミニウム合金の精密な研磨を行うことができ、被研磨部品にバリがあるときには、バリの部分を選択的に化学研磨す

ることができる。研磨後の仕上り面の状態も良好で、その後工程でアルマイト処理等を行つても何等悪影響を及ぼさない。また、複雑な形状の部品、精密な部品など形状に係わらず処理することができる、多種類の部品を同時に処理することもできる。治具、工具も少なくて良く、安全であり作業が簡単でコストが安く、管理の容易な化学研磨を行うことができる。

(実施例1～8)

アルミニウムまたはアルミニウム合金の試料として、厚さ2.1mmの第1表記載の試験片を用意した。また化学研磨液として第1表記載の各構成の化学研磨液の水溶液を用意した。前記試験片にハコボール盤で5ヶ所に穴を明け、40℃に保持した研磨液中でエアー攪拌しながら120分間処理した後、水洗、乾燥した。この

11

ときの、試験片の穴部のバリの寸法変化及び試験片本体の厚み変化をオプティマイクロメーターを用いて測定して第1表中に示した。

なおタイロンはカタコールジスルホン酸ナトリウムの別名であり、アルミノン はオーリントリカルボン酸アンモニウムの別名であり、ここではいずれも東辰化成工業製のものを用いた。

また比較例として、市販の化学研磨液を使つて同様に処理した結果を示したが、本発明に係る実施例はいずれも良好な結果であつた。

第1表

試料	研磨液	試験片形状	穴径寸法変化	本体の寸法変化
実施例1	溶液 0.05%水溶液	12		
	タイロン	10		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	5	0.5mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	5		
実施例2	溶液 0.05%水溶液	12		
	タイロン	5		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	10	0.45mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	7		
実施例3	溶液 0.05%水溶液	12		
	タイロン	5		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	10	0.55mm	0.01mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	7	0.7mm	0.01mm
実施例4	溶液 0.05%水溶液	12		
	タイロン	5		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	10	0.6mm	0.025mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	7		

13

試料	研磨液	試験片形状	穴径寸法変化	本体の寸法変化
実施例5	溶液 20%水溶液	12		
	タイロン	10		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	5	0.55mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	5		
実施例6	溶液 10%水溶液	12		
	タイロン	10		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	5	0.45mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	15		
実施例7	溶液 80%水溶液	12		
	タイロン	10		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	5	0.55mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	15		
実施例8	溶液 0.05%水溶液	12		
	タイロン	5		
	グリセリン・サリチン・界面活性剤	10	0.55mm	0.02mm
	$Al_2PO_4 \cdot 3H_2O$	7	0.2mm	0.02mm

14

出願人 ヤマノシヨウ株式会社 代理人 丸島 誠